

⑤ Int. Cl.²
C 22 B 34/12
C 22 B 5/02

⑥ 日本分類
10 E 121
10 A 21

⑦ 日本国特許庁

⑧ 特許出願公告

昭51-10803

特 許 公 報

⑨ 公告 昭和51年(1976)4月7日

庁内整理番号 7047-42

発明の数 2

(全 4 頁)

1

④ チタンの製造法および装置

① 特 願 昭 47-74706

② 出 願 昭 47(1972)7月27日
公 開 昭 48-23610

③ 昭 48(1973)3月27日

優先権主張 ④ 1971年7月28日 ⑤ イギリス
⑥ 35535/71

⑦ 発 明 者 フリップ・ダグラス・ジョン
ストン

イギリス国チェスター・ラムレー
イ・ロード3

同 ジェームス・ロートン

イギリス国チェスター・ローグ
リフ・アベニュー49

同 イアン・マツキイソン・パーカー
イギリス国チェスター・ナンス・
ロード・グレイフライ・アース・
ハウス

⑧ 出 願 人 ザ・エレクトロニクス・カウ
ンシル

イギリス国ロンドン・エスタブリ
ュ1ミルバンク30

⑨ 代 理 人 弁理士 松方幸輔

⑩ 特許請求の範囲

1 蒸気状四塩化チタンと蒸気状アルカリ金属またはアルカリ土類金属とを反応させて四塩化チタンから元素状チタンを製造する方法において、上記反応剤の蒸気をアーク中を通過する担体ガスを形成する水系によつて加熱して、生成する元素状チタンが液状にあり且つ使用するアルカリ金属またはアルカリ土類金属と四塩化チタン中の塩素との結合により生成する塩化物の沸点より高い温度に上記反応剤を保持し、生成した該塩化物および他の希望せざる生成物を蒸気状にて除去することを特徴とする四塩化チタンから元素状チタンの製

2

造法。

2 反応室と、アルカリ金属およびアルカリ土類金属よりなる群から選択される蒸気状金属を該反応室に注入する装置と、蒸気状四塩化チタンを該

5 反応室に注入する装置と生成した元素状チタンを該反応室から取り出す装置よりなる四塩化チタンから元素状チタンを製造する装置において、該反応室の頂部にアーク用電極と該電極によつて形成されてるノズルと電極間のアークによつて加熱さ

10 れノズルを通して担体ガスとして水系を注入する装置が備えられており、蒸気状四塩化チタンおよび蒸気状アルカリ金属または蒸気状アルカリ土類金属をノズルから流出する高温水系流と交差する方向で反応器に注入し、且つ反応室から生成した

15 アルカリ金属の塩化物蒸気またはアルカリ土類金属の塩化物蒸気を取り出す装置を備えたことを特徴とする四塩化チタンから元素状チタンを製造する装置。

発明の詳細な説明

20 本発明は四塩化チタンを還元することにより元素状チタンを製造する方法および装置に関する。

現在チタンを工業的に大規模に製造するために使用されてる方法では、不純な酸化物鉱石を塩素化して四塩化チタンを製造し、生成した四塩化チ

25 タンを精製した後で例えばマグネシウムまたはナトリウムを用いて不活性ふん囲気内で還元する。

この方法で得られるチタンはスポンジ状で、過剰量の還元剤および還元剤金属の塩化物例えば塩化ナトリウムまたは塩化マグネシウムにより汚染さ

30 れている。従つて、機械加工に使用できる形態の金属チタンを得るには、スポンジチタンを費用のかかる長時間の精製処理をしなければならない。この結果、チタンの製造原価が高くなり、かかる高価格のために金属チタンの使用範囲は現在制限

35 されている。
本発明の目的は四塩化チタンから直接使用できる形態の金属チタンを製造する秀れた方法および

BEST AVAILABLE COPY

3

装置を提供することにある。

本発明は、蒸気状四塩化チタンと蒸気状アルカリ金属またはアルカリ土類金属とを反応させて四塩化チタンから元素状チタンを製造するにあたり、上記反応剤の蒸気をアークを通過する担体ガスを形成する水素によつて加熱して、生成する元素状チタンが液状にあり且つ使用するアルカリ金属またはアルカリ土類金属還元剤金属と四塩化チタン中の塩素との結合により生成する塩化物の沸点より高い温度に上記反応剤を保持し、生成した該塩化物および他の希望せざる生成物を蒸気状にて除去することを特徴とする四塩化チタンから元素状チタンを製造する方法に関する。

アルカリ金属またはアルカリ土類金属としてはナトリウムまたはマグネシウムを使用するのが好ましい。他のアルカリ金属またはアルカリ土類金属例えばカリウム、カルシウム、ストロンチウムまたはバリウムも使用してよいが、然しナトリウムよりも高価である。かかる物質を使用する場合には、反応はチタンの融点よりも高い温度例えば1800ないし2500℃の温度範囲で実施できる。

本発明法は反応を気相で実施する。然も本発明法の反応温度では元素状チタンは液体であるので反応容器の底に落下する。そして不純物は蒸気状にあり、且つ反応容器の底にある熔融金属チタンの表面よりも充分高い位置で反応が行われるので、不純物が冷却して熔融金属中に混入することがない。従つて高純度の金属チタンを得ることができる。

生成したチタンは液状で取り出してもよいし、または一部分または完全に固化させてもよい。後者の場合にはチタンを定期的に取り出す。不純物および他の反応生成物は蒸気として取り出す。

アルカリ金属またはアルカリ土類金属は反応容器内に蒸気として注入してもよいし、または液体として注入してもよい。液体として注入した場合には、液体の金属は反応容器内の高温により蒸発するので、反応は気相で行われる。同様に、四塩化チタンは蒸気としてまたは液体として注入でき、後者の場合には反応容器内で蒸発する。

担体ガスはアーク放電からの熱をアルカリ金属またはアルカリ土類金属蒸気および四塩化チタン蒸気に伝達するのに適したガスを使用することを

4

要する。アルカリ金属またはアルカリ土類金属蒸気または四塩化チタン蒸気をアーク(電弧)中を通すことによつてこれらの蒸気を直接加熱することができるが、この場合には安定性の問題がある。この理由により担体ガスを使用するのが有利である。担体ガスとしては、チタンと有害な反応を行わず、且つ放電特性が秀れてる場合即ち安定なアーク放電を生ずると共に電圧および電流特性に関して好適に合致する場合にはいかなる担体ガスを使用してもよい。有効に伝熱するためには、単位容積当りエンタルピーの大きい気体が好ましい。水素はかかる必要条件を満たすのに最も適したガスである。水素は還元性ガスであり、また安定放電を生ずる秀れた放電特性を有するので有利である。アルゴンのような不活性ガスも使用できるが、必要量の熱量を伝達するには水素の3倍もの多量のアルゴンを使用する必要がある。更に、反応容器には反応剤の分圧を低下させる不必要なガスを多量に供給してはならない。この理由により、担体ガスとして水素を使用するのが好ましい。

反応生成物として得られる塩化物、即ちアルカリ金属の塩化物またはアルカリ土類金属の塩化物は別の処理工程で電解して反応容器に蒸気状で供給するためのアルカリ金属またはアルカリ土類金属を得ることができる。四塩化チタンおよびアルカリ金属またはアルカリ土類金属は反応容器に注入する前に、熱交換器を用いて反応容器から出てくる塩化物蒸気および(または)液体チタンから得られる熱によつて予熱または蒸発させ得る。

更に本発明は、反応室と、アルカリ金属およびアルカリ土類金属よりなる群から選択される蒸気状金属を該反応室に注入する装置と、蒸気状四塩化チタンを該反応室に注入する装置と、生成した元素状チタンを該反応室から取り出す装置よりなる四塩化チタンから元素状チタンを製造する装置において、該反応室の頂部にアーク用電極と該電極によつて形成されてるノズルと電極間のアークによつて加熱されノズルを通して担体ガスとして水素を注入する装置が備えられており、蒸気状四塩化チタンおよび蒸気状アルカリ金属または蒸気状アルカリ土類金属をノズルから流出する高温水素流と交差する方向で反応容器に注入し、且つ反応室から生成したアルカリ金属の塩化物蒸気またはアルカリ土類金属の塩化物蒸気を取り出す装置

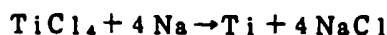
BEST AVAILABLE COPY

を備えたことを特徴とする四塩化チタンから元素状チタンを製造する装置に関する。

本発明の装置には上記電極を収容するアーク室を設け、上記電極を同心状にしそして反応容器に通ずるノズルを形成する形状にし、上記アーク室に好ましくは切線方向に担体ガス注入口を備えるのが好ましい。

次に本発明を添付図面を参照して蒸気化四塩化チタンから金属チタンを製造する1例につき説明する。

添付図面において、管10を経て反応容器12内のアークヒーターに対する円筒形区域11の切線方向の導入口に水素ガスを供給する。アークヒーターにはタングステンチップ15を支持する同心管13および14から形成された水冷カソードを設け、水は内管13を通つて流入しそして外管14から戻す。タングステンチップ15と、タングステンチップ15と協力してノズル17を形成する形状にした円筒形水冷銅アノード16との間にアーク（電弧）を生ぜしめ、円筒形区域11からノズル17を通つて反応室内にガスを下方に流す。電氣的に付勢したコイル18により軸線方向の磁界が生成し、これによりアーク（電弧）が回転してノズルから出るガス流中に渦流および乱流を生ぜしめる。アノードとカソードとの間の絶縁を絶縁ブロック19により形成し、絶縁ブロック19にカソード構成体を貫通させる。主反応剤と混合した後に混合物の温度が約1800ないし2500℃になるような温度に水素ガスを加熱するようにアークヒーターを配置する。液状または蒸気にした四塩化チタンを反応容器内に20から注入し、液状または蒸気にしたナトリウムを反応容器内に21から注入する。上記反応剤を液状にて注入する場合には、これらの反応剤は反応容器内で蒸発する。ノズル17から高温の水素ガス流は四塩化チタン蒸気および還元剤金属蒸気と交差して相互に作用して上記諸物質の温度を上昇し、四塩化チタンはナトリウムにより次の反応式によつて還元される。



この反応は気相で起る。四塩化チタンおよびナトリウムは反応室の頂部付近の側壁を経て注入する。金属チタンは22で凝縮し捕集され23から取り出される。塩化ナトリウム蒸気、水素およびチタンの下級塩化物は24から抜き取り、塩化ナトリウムを熱交換器25で凝縮する。この熱交換器25からの熱を添付図面に示す如く26と27で利用して反応容器に注入する四塩化チタンおよび金属ナトリウムを予熱し、蒸気にする。凝縮した塩化ナトリウムを管28により電解タンク29に導入し、ここで上記塩化ナトリウムを電解してナトリウムを製造し、生成したナトリウムを管21から反応容器内に供給する。電解タンク29からの塩素は30で除去する。凝縮器（熱交換器25）から流出する水素および他の残存ガス状生成物を管10により担体ガスとして反応容器中に再循環する。

銅アノードを使用する代りに水冷チタンアノードを用いて反応容器内に生成する金属チタン中に不純物が混入する危険を最小にすることができる。同様に、タングステンチップ15の代りにチタンチップをカソード用に使用することができる。

次に本発明の実施の態様を示す。

- (1) 反応を1800ないし2500℃の範囲内の温度で実施する特許請求の範囲第1項記載の方法。

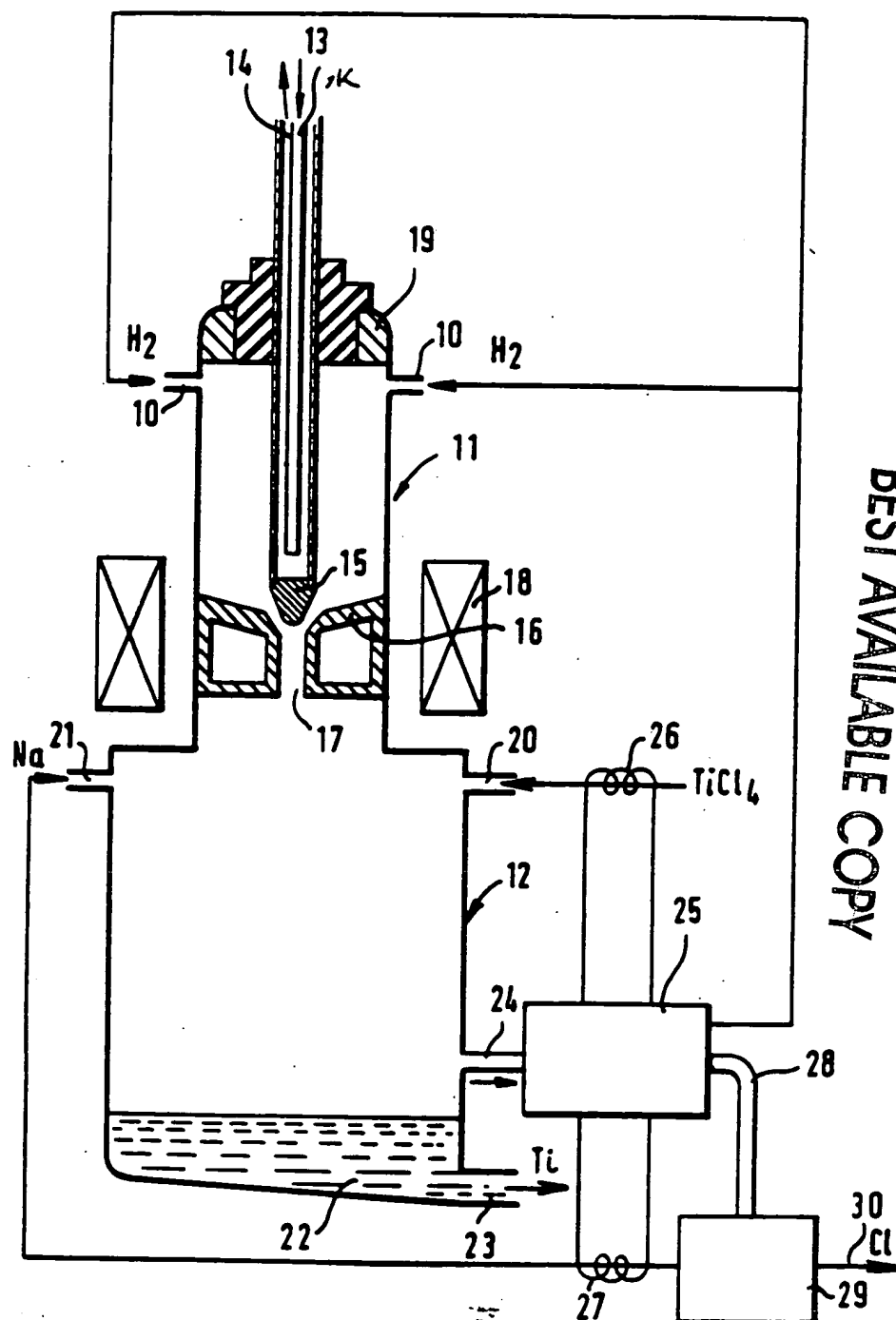
図面の簡単な説明

添付図面は四塩化チタン蒸気から金属チタンを製造するための反応容器および付属装置を図解的に示す図面である。

11……円筒形区域、12……反応容器、13……内管、14……外管、15……タングステンチップ、16……銅アノード、17……ノズル、18……コイル、19……絶縁ブロック、25……熱交換器、29……電解タンク。

引用文献

特 公 昭33-9251



BEST AVAILABLE COPY